

N-octyl-phenylenediamines with biocidal activity - esp against gram-negative bacteria

Patent number: DE2055208
Publication date: 1972-05-18
Inventor:
Applicant:
Classification:
- international:
- european: A01N33/06
Application number: DE19702055208 19701110
Priority number(s): DE19702055208 19701110

[Report a data error here](#)

Abstract of DE2055208

Cpd. of formula (I):- (where X is H or Cl and R is H or octyl, at least one residue R being octyl; the amino gps. being meta or para to each other when only one R is octyl and X is H) are biocides with strong bactericidal activity, esp. against gram-negative bacteria, even in the presence of protein, soaps and hard water, and are compatible with non-ionic surfactants. They can be used as disinfectants, preservatives and algicides, and for the bactericidal finishing of textiles and human and animal hair. (I) may be prepd. by reacting 1 mol. of octyl chloride or bromide at 100 - 150 degrees C with 1-4 mol. of an appropriate phenylenediamine and removing unreacted phenylenediamine by extraction or distillation.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

51

Int. Cl.:

C 07 c, 87/62

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

A 61 k, 13/00

DEUTSCHES



PATENTAMT

52

Deutsche Kl.:

12 q, 1/62

30 i, 3

Behördeneigenthum

53

54

55

56

57

Offenlegungsschrift 2055 208

Aktenzeichen: P 20 55 208.3

Anmeldetag: 10. November 1970

Offenlegungstag: 18. Mai 1972

Ausstellungspriorität: —

58

Unionspriorität

59

Datum: —

60

Land: —

61

Aktenzeichen: —

62

Bezeichnung:

Biocide Verbindungen

63

Zusatz zu: —

64

Ausscheidung aus: —

65

Anmelder:

Th. Goldschmidt AG, 4300 Essen

Vertreter gem. § 16 PatG: —

66

Als Erfinder benannt:

Hofmann, Eberhard, Dr.; Holtschmidt, Ulrich, Dr.; 4300 Essen

Prüfungsantrag gemäß § 28 b PatG ist gestellt

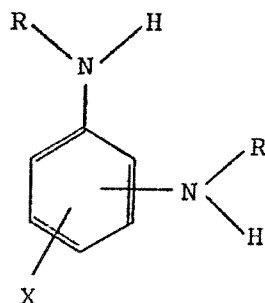
DT 2055 208

ORIGINAL INSPECTED

Th. Goldschmidt A.-G., Essen

Biocide Verbindungen

Die vorliegende Erfindung betrifft neue Verbindungen der allgemeinen Formel



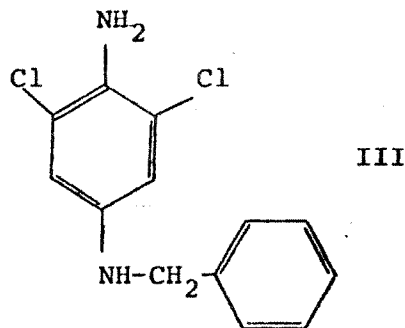
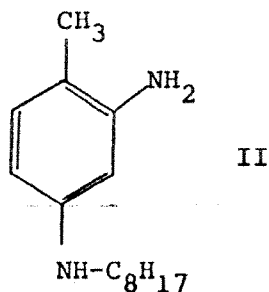
I

wobei X ein Wasserstoff- oder Chlorrest, R ein Octyl- oder Wasserstoffrest ist, jedoch mindestens ein Rest R ein Octylrest sein muß, und wobei, wenn nur ein Rest R ein Octylrest und X ein Wasserstoffrest ist, die Aminogruppen meta- oder paraständig sein müssen.

Verbindungen dieser Art sind neu. Bekannt ist nur N-Octyl-o-phenylendiamin, dessen biocide Wirkung ebenfalls nicht erkannt worden war. Diese Verbindung wurde erstmals von

Wei-Chin Lin und Chi-Wen Tsui (Yao Hsueh Hsueh Pao 10 (11), 663-7 (1963), Chem. Abstr. 61 (1964), 5647 f) beschrieben, welche sie in nur 20 %iger Ausbeute aus Octyljodid und o-Phenylendiamin als Zwischenprodukt zur Herstellung von Phenazinen mit potentieller Wirksamkeit gegen Pseudomonas aeruginosa erhalten hatten. Da diese Autoren keine Wirkung der Phenazinderivate gegen Pseudomonas aeruginosa fanden, ist die Erkenntnis besonders überraschend, daß Zubereitungen, welche Verbindungen der Formel I enthalten, nicht nur vorzüglich gegen verschiedene andere Keimarten, sondern auch besonders gegen Pseudomonas aeruginosa wirksam sind.

Die gute bakteriologische Wirksamkeit der erfindungsgemäßen Verbindungen war auch deshalb überraschend, weil chemisch ähnlich aufgebaute Verbindungen wie II oder III praktisch keine bakteriologische Wirksamkeit zeigen.



Die erfindungsgemäßen Verbindungen werden mit vorzüglichen Ausbeuten nach einem wirtschaftlichen Verfahren vorzugsweise in der Art hergestellt, daß man 1 Mol Octylchlorid oder Octylbromid bei Reaktionstemperaturen von 100°C bis 180°C mit 1 bis 4 Mol des entsprechenden Phenylendiamins in Gegenwart eines Säureakzeptors umsetzt und das unumgesetzte Phenylendiamin durch Destillation oder Extraktion entfernt. Die erfindungsgemäßen Verbindungen können sodann als freie Amine durch Destillation gereinigt oder in Form ihrer Salze umkristallisiert werden. Sofern technische Reinheit genügt, kann auf die vorgenannten Reinigungsoperationen verzichtet werden.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen zeigen besonders gegen gramnegative Bakterien eine starke baktericide Wirkung und behalten dieselbe auch in Gegenwart von Eiweiß und Seife sowie in hartem Wasser bei, während andere an sich wirksame und häufig verwendete Baktericide, wie quaternäre Ammoniumverbindungen und Phenole, bei solcher Belastung meist einen großen Teil ihrer Wirksamkeit einbüßen.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen sind auch verträglich mit nichtionogenen Tensiden, z.B. den Additionsprodukten von Äthylenoxid an Isotridecylalkohol, Laurylalkohol, Fettsäureglyceride, Isooctylphenol und Nonylphenol, mit den

Copolymerisaten von Äthylen- und Propylenoxid, mit Fettaminen und Fettamiden sowie deren Oxyäthylierungsprodukten, mit quaternären Ammoniumverbindungen, Ampholytseifen und Betainen.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen können in flüssiger, pastöser oder fester Form zur Anwendung gelangen. Zur Herstellung von die erfindungsgemäßen Verbindungen enthaltenden Zubereitungen löst man jene in Wasser, Alkoholen, Glykoläthern, Dimethylformamid, Dimethylsulfoxid, oder deren Gemischen unter Zusatz von Säuren, wie Essigsäure, Milchsäure, Weinsäure, Zitronensäure, Gluconsäure, Salzsäure, Phosphorsäure und Salpetersäure, so daß vorzugsweise ein pH von 4 bis 7 resultiert.

Solche Zubereitungen können auch Verdickungsmittel, wie Methyl-, Hydroxyäthyl- und Carboxymethylcellulose, Polyacrylsäure und deren Derivate, Polyvinylpyrrolidon und Polyvinylalkohol, sowie inerte Füllstoffe, wie hochdisperse Kieselsäure, Aluminiumoxid, Zinksulfid, Titandioxid, sowie Harnstoff, Rohrzucker und Cellulose, enthalten.

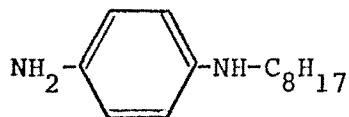
Zubereitungen, welche die erfindungsgemäßen Verbindungen enthalten, eignen sich insbesondere als Desinfektionsmittel, Konservierungsmittel und Algicide, z.B. zur Verwendung in Krankenhäusern, Brauereien, Molkereien, der alkoholfreien

Getränkeindustrie, Tierzuchtbetrieben, Schlachthöfen und Badeanstalten. Außerdem können die erfindungsgemäßen Verbindungen und ihre Zubereitungen zur baktericiden Ausrüstung von Textilien sowie menschlichen und tierischen Haaren dienen.

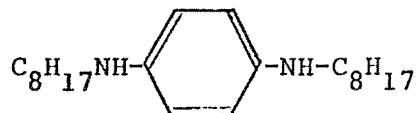
Aus den folgenden Beispielen sind Herstellung und Eigenschaften der erfindungsgemäßen Verbindungen zu ersehen:

Beispiel 1

Herstellung von



und



3 Mol p-Phenylendiamin, 1 Mol Octylbromid und 1 Mol NaOH (in Schuppen) werden langsam auf 130°C erhitzt. Durch Kühlung sorgt man dafür, daß die bei dieser Temperatur einsetzende Reaktion nicht zu heftig verläuft. Man läßt drei Stunden reagieren, kühlt ab und extrahiert das Reaktionsge-

misch mit 1 l Wasser. Der kristalline Rückstand wird getrocknet und anschließend im Vakuum fraktioniert. Nach einem Vorlauf von unumgesetztem p-Phenylendiamin werden als erste Fraktion bei 135° bis 145°C (10^{-2} bis 10^{-3} mm Hg)

121 g $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$ entsprechend einer Ausbeute von

55 % der Theorie (auf Octylbromid bezogen) erhalten.

Schmelzpunkt (unkorr.): 72 bis 73°C.

Die zweite Fraktion, welche bei 165° bis 180°C (10^{-2} bis

10^{-3} mm Hg) übergeht, besteht aus $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}-\text{C}_8\text{H}_{17}$.

Ausbeute: 57 g $\hat{=}$ 35 % der Theorie (auf Octylbromid bezogen).

Schmelzpunkt (unkorr.): 76°C.

Der Destillationsrückstand (ca. 20 g) besteht im wesentlichen aus höher alkyliertem p-Phenylendiamin.

Elementaranalysen:

1. Fraktion:

Berechnet für $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$ (220): Gefunden:

C: 76,4 %

C: 76,7 %

H: 10,9 %

H: 11,2 %

N: 12,7 %

N: 12,5 %

2. Fraktion:

Berechnet für $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}-\text{C}_8\text{H}_{17}$ (332): Gefunden :

C: 79,5 %

H: 12,1 %

N: 8,4 %

C: 79,9 %

H: 12,3 %

N: 8,1 %

Beispiel 2

Herstellung von $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$

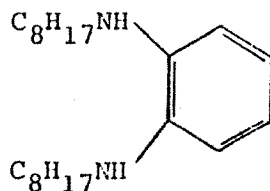
und $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NHC}_8\text{H}_{17}$

0,5 Mol m-Phenylendiamin, 0,25 Mol Octylchlorid, 0,25 Mol NaOH und 100 ml Äthylglykol werden 5 Stunden zum Rückfluß erhitzt. Dann kühlt man ab und versetzt mit 500 ml Wasser. Die ölige Phase wird in Äther aufgenommen und der Äther abdestilliert. Der verbleibende Rückstand wird sodann im Vakuum fraktioniert.

Bei 140° bis 150°C (10^{-1} bis 10^{-2} mm Hg) geht N-Octyl-m-phenylendiamin über (45 % der Theorie), welches zu Kristallen erstarrt. Bei 170° bis 200°C (10^{-1} bis 10^{-2} mm Hg) geht N,N'-Bis-octyl-m-phenylendiamin über (37 % der Theorie).

Beispiel 3

Herstellung von

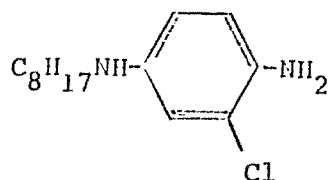


1,5 Mol Octylbromid, 1 Mol o-Phenylendiamin und 1,5 Mol NaOH werden gemäß Beispiel 1 umgesetzt und aufgearbeitet. Es werden durch Vakuumdestillation 65 % der Theorie an N,N'-Bis-octyl-o-phenylendiamin erhalten.

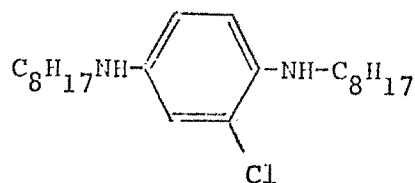
BAD ORIGINAL

Beispiel 4

Herstellung von

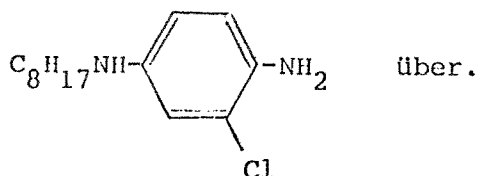


und



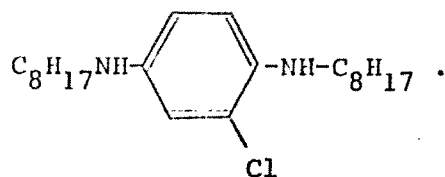
1 Mol 2-Chlor-p-phenylendiamin, 0,5 Mol Octylbromid und 0,5 Mol NaOH werden 8 Stunden auf 180°C erhitzt. Dann wird abgekühlt. Das feste Reaktionsprodukt wird mit heißem Wasser digeriert und dann abgenutscht. Nach dem Trocknen wird der organische Rückstand im Vakuum fraktioniert.

Bei 145° bis 160°C (10⁻³ bis 10⁻⁴ mm Hg) geht



Ausbeute: 46 % der Theorie.

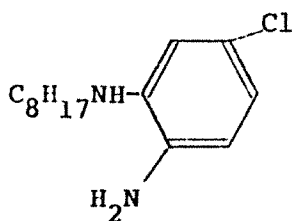
Bei 180° bis 200°C (10⁻² bis 10⁻³ mm Hg) destilliert



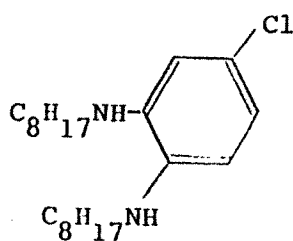
Ausbeute: 33 % der Theorie.

Beispiel 5

Herstellung von

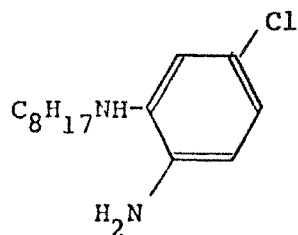


und



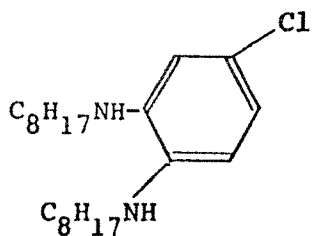
O,6 Mol 4-Chlor-o-phenylendiamin, 0,3 Mol Octylbromid und 0,4 Mol NaOH werden 8 Stunden auf Rückflußtemperatur erhitzt. Danach wird abgekühlt und mit 500 ml Wasser extrahiert. Der organische Rückstand wird getrocknet und im Vakuum fraktioniert.

Bei 140° bis 155°C (10^{-2} bis 10^{-3} mm Hg) destilliert



in einer Ausbeute von 44 % der Theorie.

Bei 180° bis 200°C (10^{-2} bis 10^{-3} mmHg) geht



in einer Ausbeute von 32 % der Theorie über.

Beispiel 6

2,5 Gewichtsteile N-Octyl-p-phenylendiamin, 2,5 Gewichtsteile eines Additionsproduktes von 12 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Isotridecylalkohol, 5 Gewichtsteile Essigsäure, 0,5 Gewichtsteile Natriumacetat, 20 Gewichtsteile Äthylglykol und 69,5 Gewichtsteile Wasser werden unter Erwärmen auf 50°C homogenisiert. Man erhält eine klare Lösung, die beliebig wasserverdünnbar ist.

Beispiel 7

5 Gewichtsteile N-Octyl-m-phenylendiamin, 5 Gewichtsteile eines Additionsproduktes von 20 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Nonylphenol, 5 Gewichtsteile Essigsäure, 40 Gewichtsteile n-Propanol und 145 Gewichtsteile Wasser werden unter schwachem Erwärmen und Rühren homogenisiert. Es resultiert eine klare Lösung, die wasserverdünnbar ist.

Beispiel 8

2 Gewichtsteile N,N'-Bis-octyl-p-phenylendiamin, 3 Gewichtsteile eines Additionsproduktes von 10 Mol Äthylenoxid an

209821/1033

1 Mol Laurylamin, 4 Gewichtsteile Ascorbinsäure, 40 g Äthylglykol und 151 Gewichtsteile Wasser werden unter Erwärmen auf 40°C und Rühren zu einer klaren Lösung verarbeitet, die wasserverdünnbar ist.

Beispiel 9

1 Gewichtsteil N,N'-Bis-octyl-m-phenylendiamin, 2 Gewichtsteile eines Anlagerungsproduktes von 15 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Nonylphenol, 2 Gewichtsteile Essigsäure, 20 Gewichtsteile Dimethylformamid und 10 Gewichtsteile Wasser werden unter Rühren und Erwärmen auf 50°C homogenisiert, wobei eine klare Zubereitung entsteht, die wasserverdünnbar ist.

Beispiel 10

2 Gewichtsteile N-Octyl-2-chlor-p-phenylendiamin, 2,5 Gewichtsteile eines Anlagerungsproduktes von 12 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Isotridecylalkohol, 2 Gewichtsteile Essigsäure, 30 Gewichtsteile Dioxan und 13,5 Gewichtsteile Wasser ergeben beim Homogenisieren unter Rühren und schwachem Erwärmen eine klare, wasserverdünnbare Lösung.

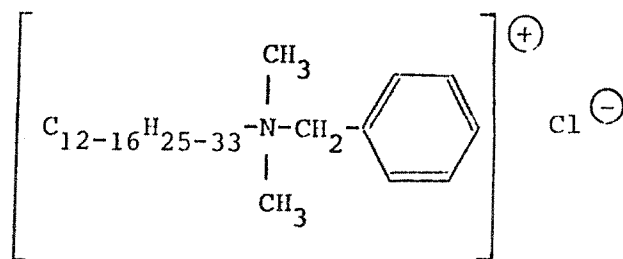
BAD ORIGINAL

Beispiel 11

5 Gewichtsteile N-Octyl-2-chlor-p-phenylendiamin, 5 Gewichtsteile eines Anlagerungsproduktes von 10 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Laurylalkohol, 5 Gewichtsteile Weinsäure, 0,5 Gewichtsteile Kaliumbitartrat, 30 Gewichtsteile Äthanol und 54,5 Gewichtsteile Wasser werden unter Rühren und schwachem Erwärmen zu einer homogenen Zubereitung, die wasserverdünnbar ist, verarbeitet.

Beispiel 12

10 Gewichtsteile N-Octyl-p-phenylendiamin, 10 Gewichtsteile einer quaternären Ammoniumverbindung der Formel



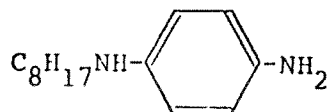
(die Kettenlänge gliedert sich in 50 % Alkylgruppen mit 14, 40 % Alkylgruppen mit 12 und 10 % Alkylgruppen mit 16 Kohlenstoffatomen), 5 Gewichtsteile eines Anlagerungsproduktes von 15 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Cetylalkohol, 10 Gewichtsteile

Essigsäure, 1 Gewichtsteil Hydroxylaminhydrochlorid, 50 Gewichtsteile Äthylglykol und 119 Gewichtsteile Wasser werden unter schwachem Erwärmen homogenisiert. Man erhält eine wasserverdünnbare Zubereitung.

I. Augenreizteste am Kaninchen nach Draize

(J. H. Draize und E. A. Kelley, Drug and Cosmetic Ind., 71 (1952), 36-37 und 118-120).

Testsubstanz:



0,5 % Wirkstoff enthaltende wäßrige Lösung vom pH 4,5 (Herstellung durch Verdünnung der gemäß Beispiel 6 erhaltenen Stammlösung mit Wasser auf das 5-fache).

		Mittel-					
Kaninchen Nr.		1	2	3	4	5	6 wert
1. Tag	A	1	1	2	1	1	1
	B	1	1	1	1	1	1
	C	1	1	1	1	0	1
		3x2=6	3x2=6	4x2=8	3x2=6	2x2=4	3x2=6 6

Kaninchen Nr.		1	2	3	4	5	6	Mittelwert
2. Tag	A	1	1	1	1	0	1	
	B	0	0	1	0	0	0	
	C	0	0	0	0	0	0	
		1x2=2	1x2=2	2x2=4	1x2=2	0	1x2=2	2
3. Tag	A	0	0	0	0	0	0	
	B	0	0	0	0	0	0	
	C	0	0	0	0	0	0	0

Während bei Verwendung obiger erfindungsgemäßer Verbindung die Reizwirkung bereits am 3. Tag wieder auf 0 geht, wird bei der quaternären Ammoniumverbindung gemäß II. 3) dieser 0-Wert erst nach 7 Tagen erreicht. Daraus geht die signifikant niedrigere Reizwirkung der erfindungsgemäßen Verbindung klar hervor.

II. Bakteriologische Untersuchungen

1) Bakteriologische Wirksamkeit von N-Octyl-p-phenylendiamin (erfindungsgemäße Verbindung)

Es wurde eine wäßrige Zubereitung von gleichen Teilen N-Octyl-p-phenylendiamin und dem Additionsprodukt von 12 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Isotridecylalkohol unter Zusatz von Essigsäure hergestellt, so daß die 0,1 % Wirkstoff enthaltende Verdünnungsstufe einen pH von 5 zeigte.

BAD ORIGINAL

Suspensionsversuch:

Teststamm	Konzentration in %	Einwirkungszeit in Min.					
		1	2	5	10	20	30
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	+	+	+	+	-	-
<i>Proteus vulgaris</i>	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	-	-
<i>Escherichia coli</i>	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	-	-	-

Bakteriologische Wirksamkeit der obigen erfindungsgemäßen
Verbindung in Gegenwart von

- a) 20 % Rinderserum,
- b) 0,1 % Schmierseife.

Teststamm	Konzentration in %	a)						b)					
		Einwirkungszeit in Min.						Einwirkungszeit in Min.					
		1	2	5	10	20	30	1	2	5	10	20	30
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
<i>Proteus vulgaris</i>	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
<i>Escherichia coli</i>	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

II.2) Bakteriologische Wirksamkeit einer Mischung aus:

2,5 Gewichtsteilen N-Octyl-p-phenylendiamin (erfindungsge-
mäßige Verbindung), 2,5 Gewichtsteilen einer quaternären Am-
moniumverbindung der unter II. 3) aufgeführten Zusammensetzung,
1 Gewichtsteil eines Additionsproduktes von 12 Mol Äthylen-
oxid an 1 Mol Isotridecylalkohol, 4,5 Gewichtsteilen Essig-
säure, 30 Gewichtsteilen Äthylglykol und 59,5 Gewichtsteilen
Wasser (Wirkstoffgehalt: 5,0 %).

pH der 0,1 % Wirkstoff enthaltenden Verdünnung: 4,5

a) in Gegenwart von 20 % Rinderserum;

b) in Gegenwart von 0,1 % Schmierseife.

Teststamm	Konzentration in %	a)						b)					
		Einwirkungszeit in Min.						Einwirkungszeit in Min.					
		1	2	5	10	20	30	1	2	5	10	20	30
Staphylo- coccus aureus	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	-	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Pseudomonas aeruginosa	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Escherichia coli	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

Wie man aus dem bakteriologischen Wirkungsspektrum obiger Mischung erkennt, zeigt diese eine weitaus günstigere Wirkung als die quaternäre Ammoniumverbindung allein. Diese durch den Zusatz des erfindungsgemäßen N-Octyl-p-phenylendiaminsbedingte Verbesserung der bakteriologischen Wirksamkeit beweist wiederum die Fortschrittlichkeit der erfindungsgemäßen Verbindungen.

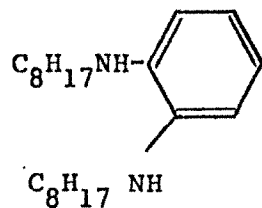
II.3) Bakteriologische Wirksamkeit einer als Vergleichssubstanz dienenden handelsüblichen quaternären Ammoniumverbindung (N-Dimethyl-alkyl-bencyl-ammoniumchlorid), deren Alkylrest zu 50 Gewichtsprozent aus einer Kohlenstoffkette mit 14 C-

Atomen, zu 40 Gew.-% aus einer solchen mit 12 C-Atomen und zu 10 Gew.-% aus einer Kette mit 16 C-Atomen besteht.

- a) in Gegenwart von 20 % Rinderserum;
b) in Gegenwart von 0,1 % Schmierseife.

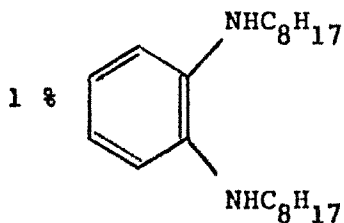
Teststamm	Konzentration in %	a)						b)					
		Einwirkungszeit in Min.						Einwirkungszeit in Min.					
		1	2	5	10	20	30	1	2	5	10	20	30
Staphylococcus aureus	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	-	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Pseudomonas aeruginosa	0,1	+	+	+	+	+	-	+	+	-	-	-	-
	0,05	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Proteus vulgaris	0,1	+	-	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
	0,05	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Escherichia coli	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	+	+	+	-	-	+	+	+	+	+	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

II.4) Bakteriologische Wirksamkeit von:



(erfindungsgemäße Verbindung)

Die für die Untersuchung verwendete Stammlösung hatte folgende Zusammensetzung:



2 % eines Anlagerungsproduktes von 10 Mol Äthylenoxid
an 1 Mol Laurylamin

3 % Essigsäure

50 % Äthylglykol

44 % Wasser

pH der 0,1 % Wirkstoff enthaltenden Verdünnungsstufe: 4,5

a) in Gegenwart von 20 % Rinderserum;

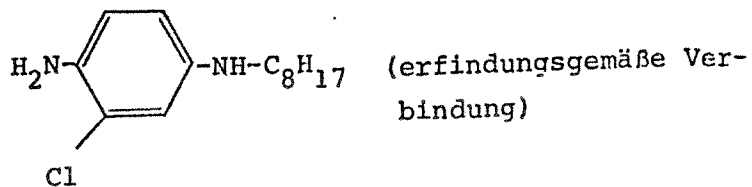
b) in Gegenwart von 0,1 % Schmierseife.

Ergebnisse:

Teststamm	Konzentration in %	a)						b)					
		Einwirkungszeit in Min.						Einwirkungszeit in Min.					
		1	2	5	10	20	30	1	2	5	10	20	30
Staphylo- coccus aureus	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	-	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Pseudomonas aeruginosa	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Escherichia coli	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	-	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

Auch hier ist die Überlegenheit der erfindungsgemäßen Verbindung gegenüber der quaternären Ammoniumverbindung gemäß II. 3) signifikant.

II.5) Bakteriologische Wirkung von



Es wurde eine Zubereitung hergestellt, welche gleiche Teile der obigen Aminoverbindung und eines Additionsproduktes von 12 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Isotridecylalkohol enthielt. Der pH wurde mit Salzsäure auf 4,5 eingestellt.

a) Suspensionsversuch:

Teststamm	Konzentration in %	Einwirkungszeit in Min.					
		1	2	5	10	20	30
Pseudomonas aeruginosa	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	-	-	-	-
	0,005	+	+	+	+	-	-

b) in Gegenwart von 20 % Serum;

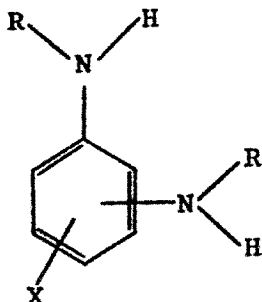
c) in Gegenwart von 0,1 % Kaliseife

Teststamm	Konzentration in %	a)						b)					
		Einwirkungszeit in Min.						Einwirkungszeit in Min.					
		1	2	5	10	20	30	1	2	5	10	20	30
Pseudomonas aeruginosa	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

Bei Vergleich der Wirkung der erfindungsgemäßen Verbindung mit der den Stand der Technik repräsentierenden quaternären Ammoniumverbindung gemäß II. 3) erkennt man eindeutig die Überlegenheit der erfindungsgemäßen Verbindung.

Patentansprüche

1. Neue Verbindungen der allgemeinen Formel



wobei X ein Wasserstoff- oder Chlorrest, R ein Octyl- oder Wasserstoffrest ist, jedoch mindestens ein Rest R ein Octylrest sein muß, und wobei, wenn nur ein Rest R ein Octylrest und X ein Wasserstoffrest ist, die Aminogruppen meta- oder paraständig sein müssen.

2. Verwendung der Verbindungen des Patentanspruchs 1 als Wirkstoffe in biociden Zubereitungen.